



AUSLEGESCHRIFT 1 124 166  
F 19681 VIII d/21 h

ANMELDETAG: 3. MÄRZ 1956  
BERANNTMACHUNG  
DER ANMELDUNG  
UND AUSGABE DER  
AUSLEGESCHRIFT: 22. FEBRUAR 1962

1

Die Erfindung bezieht sich auf ein Heizelement für elektrische Widerstandsöfen mit einer in den zu beheizenden Ofen ragenden Glüh schleife, deren Innendurchmesser um ein Vielfaches größer ist als der Abstand zwischen ihren durch ein Isolierstück mechanisch verbundenen verdickten Anschlußenden.

Heizelemente dieser Form sind an sich bekannt.

Das Wesen der Erfindung besteht darin, daß bei der beschriebenen Heizelementanordnung die Glüh schleife aus Verbindungen des Siliziums mit Elementen der IV. bis VI. Gruppe des Periodischen Systems der Elemente, vorzugsweise aus Molybdän disilicid, besteht, die als Pulver mit einem Bindemittel angeteigt, ausgeformt und gesintert sind. Die Verwendung von hochtemperaturbeständigen Werkstoffen der vorgenannten Art für Heizelemente ist an sich bekannt. Demgegenüber kommt es bei der Erfindung auf die gleichzeitige Verwendung der eingangs genannten besonderen Form des Heizelementes (mit Glüh schleife) und des in der vorerwähnten Weise zusammengesetzten und gebildeten hochtemperaturbeständigen Werkstoffes an. Dies ergibt sich im einzelnen noch deutlicher aus der folgenden Beschreibung.

Die bekannten Chrom- und Chrom-Nickel-Legierungen können für Temperaturen oberhalb 1200° C nicht mehr als Heizleiter verwendet werden. Für diesen Temperaturbereich hat man daher pulvermetallurgisch hergestellte Hartstoffe entwickelt, welche auch in oxydierender Atmosphäre bis etwa 1700° C beständig sind. Alle diese Hartstoffe sind auf dem Element Silicium aufgebaut, sei es nun in der Verbindung mit Kohlenstoff oder aber als Disilicid der Übergangsmetalle der IV. bis VI. Gruppe des Periodensystems.

Diese harten und spröden Werkstoffe erfordern eine besonders stabile Ausführungsform der Heizleiter. So verwendet man diese in Form von Stäben oder Rohren, an deren beiden auseinanderliegenden Enden der Stromanschluß erfolgt. In allen Fällen muß der Stromanschluß wegen der thermischen Ausdehnung des Stabes durch bewegliche Kontakte, die entweder flexibel angebracht sind oder mit Federdruck an den Heizleiter gepreßt werden, erfolgen. Gerade für die höchsttemperaturbeständigen Heizleiter bis 1700° C, z. B. dem Molybdändisilicid, wird jedoch die Kontaktfrage zu einem besonderen Problem. Infolge des geringen Widerstandes derartiger Silicide müssen die Stromanschlußteile für sehr hohe Stromstärken ausgelegt werden. Hierdurch werden die Kontakte unbeweglich und schwer, und das Heizelement, welches bei der höchst zulässigen Tempe-

Heizelement für elektrische Widerstandsöfen  
mit einer in den zu beheizenden Ofen  
ragenden Glüh schleife

Anmelder:

Siemens-Planiawerke Aktiengesellschaft  
für Kohlefabrikate,  
Meitingen bei Augsburg

Beanspruchte Priorität:

Österreich vom 8. März 1955 (Nr. A 1346)

Dipl.-Ing. Dr. techn. Erich Fitzer, Wien,  
ist als Erfinder genannt worden

2

ratur von 1700° C beansprucht werden soll, unterliegt bei diesen Arbeitstemperaturen nicht nur einer Durchbiegung, sondern versprödet auch sehr stark und ist bei Zwischenabkühlungen durch die Kontraktion bei derartig schweren Kontakten den Zug- und Biegebruchbeanspruchungen nicht mehr gewachsen, wodurch es bei derartigen Elementen sehr frühzeitig zum Bruch kommt.

Die Erfindung beruht nun auf der Erkenntnis, daß die bisherigen Heizelemente auf der Grundlage von Siliciumhartstoffen in Stab- oder Rohrform den technischen Anforderungen nicht genügen und daß infolge der schlechten mechanischen Eigenschaften, wie z. B. der Versprödung besonders bei den Typen für die höchsten Arbeitstemperaturen mit vorzugsweise Molybdän als Legierungsmetall des Siliciums, eine technische Anwendung größerer Einheiten bisher nicht möglich ist. Bei den neuen Heizelementen aus Hartstoffen auf Siliciumbasis, die als Legierungspartner Elemente der IV. bis VI. Gruppe des Periodischen Systems der Elemente, wie Kohlenstoff, Titan, Zirkon, Hafnium, Vanadium, Niob, Tantal, Chrom, Molybdän und Wolfram, und gegebenenfalls weitere metallische oder nichtmetallische Zusätze enthalten, befinden sich beide Stromzuführungen an demselben Elementende. Diese Stromzuführungen liegen außerhalb der Heizzone und sind durch zusätzliche isolierende Vorrichtungen fest miteinander verbunden.

Heizelemente, deren beide Stromzuführungen an demselben Elementende angebracht sind, sind an sich

bekannt. Aus metallischen, mindestens in gewissen Grenzen plastisch verformbaren Materialien werden sie in verschiedenen Formen, wie z. B. Spiralen, Schleifen, Haarnadeln u. a., hergestellt. Der Vorteil solcher Formen zeigt sich bei ihrer Verwendung in einem Ofen. Für ein Element wird dann nur eine Durchführung durch das keramische Isoliermaterial benötigt; die Innenabmessung des Ofens kann daher — im Unterschied zu Ofen mit stab- oder rohrförmigen Elementen — größer als die Elementlänge gewählt werden. Eine derartige U- bzw. haarnadel-förmige Ausbildung des Elementes mit mechanisch fest verbundenen Kontaktschenkeln verlangt jedoch eine Kompensation der Querausdehnung bei der Aufheizung durch plastische Verformung der Elementschenkel. Sie schien somit auf Heizleiter aus plastisch verformbarem Material beschränkt. Für spröde Heizleitermaterialien, wie z. B. Kohlestäbe, wurden Anordnungen vorgeschlagen, die im Kopfteil des Elementes mit einer Lasche eines leitenden Materials verbunden sind, dessen Querausdehnung der der Kontaktenden entsprechen muß.

Dabei tritt aber eine weitere große Gefahr für derartige Elemente auf, nämlich die der Überhitzung des Elementes durch gegenseitige Anstrahlung der nahe beieinanderliegenden Schenkel.

Es ist z. B. bekannt, daß man für die aus Siliciumcarbid bestehenden Hochtemperaturheizleiter einen Mindestabstand des Elementes von einem anderen Element oder von einer Ofenwandung einhalten muß, der dem Produkt aus Stabdurchmesser mal  $\pi$  (3,142) entspricht. Es hat sich jedoch gezeigt, daß bei derartigen großen Schenkelabständen der Ausgleich der Querausdehnung des Elementes durch den spröden Werkstoff nicht kompensiert wird.

Eine Anordnung, wie sie etwa dem bereits bekannten Vorbild von geschlitzten Graphitstäben entspräche, kann also auf Heizelemente aus Hartstoff auf Siliciumbasis nicht übertragen werden. Bei Graphit als Heizleitermaterial mag die Gefahr der Überhitzung von geringerer Bedeutung sein. Graphit ist ja tatsächlich einer unserer höchstschmelzenden Feststoffe überhaupt. Die Arbeitstemperaturen für Graphitheizstäbe liegen etwa bei 50 bis 60% der absoluten Schmelztemperatur des Heizleiterelementes. Gegenseitige Anstrahlung und durch Überhitzung der gegenüberliegenden Schenkelseiten mag somit bei einem Graphitelement nicht von ausschlaggebender Bedeutung sein. Die erfindungsgemäßen Materialien werden doch zumeist bei den höchstzulässigen Arbeitstemperaturen, z. B. bei Molybdänsilicid bei 1700° C, also bei 90% der absoluten Schmelz- bzw. Zersetzungstemperaturen verwendet. Eine nur geringfügige Überhitzung der einander zugekehrten Schenkelflächen führt daher erfahrungsgemäß sofort zum Ausfall des Elementes. Diese obere Grenztemperatur muß, insbesondere in oxydierender Atmosphäre, besonders exakt eingehalten werden, weil Siliciumheizleiter eine schützende SiO<sub>2</sub>-Schicht benötigen. Diese schmilzt aber bekanntlich oberhalb 1700° C ab und kann daher bei Überhitzungen den darunterliegenden Werkstoff nicht mehr schützen.

Die Anwendung der vorliegenden Erfindung auf Heizelemente auf Siliciumbasis ist daher noch an eine zweite Voraussetzung geknüpft. Das heiße Ende des Heizelementes, welches freistrahrend, eventuell durch hochwarmfeste, elektrisch nicht leitende Materialien gestützt, in den Ofenraum hineinragt, muß daher zur

Vermeidung von Überhitzungen durch gegenseitige Anstrahlung derart schleifenförmig ausgebildet sein, daß der Schenkelabstand im Heizteil größer ist als der Schenkelabstand im kalten Anschlußteil.

Eine solche Ausgestaltung von Heizelementen aus Hartstoffen auf Siliciumbasis ermöglicht nicht nur ein Abfedern der Spannungen, welche infolge der thermischen Querausdehnung des Elementes gebildet werden, durch seine Schenkel, sondern gewährleistet auch die allseitig günstige Abstrahlung der im Heizteil erzeugten Wärme auf das Heizgut. Außerdem ermöglicht eine derartige Anordnung ein leichtes Einführen des Heizelementes durch die vorzugsweise nur im Ofenboden oder nur in der Ofendecke oder nur in einer Ofenseite angebrachten Einführungsöffnungen. Außerdem kann bei den derart ausgebildeten Heizelementen der elektrische Anschluß durch die gekoppelten Stromanschlüssen ebenfalls starr erfolgen. Der Heizleiter selbst kann daher viel schwächer als bei den üblichen Ausführungsformen dimensioniert werden, weil er mechanisch nur durch das Eigengewicht ohne Kontakte belastet wird. Diese Tatsache ist, wie bereits aufgezeigt worden ist, bei den neuen Höchsttemperaturheizleitern von größter Bedeutung.

Die schleifenförmige Ausgestaltung der Heizelemente aus Verbindungen des Siliziums mit Elementen der IV. bis VI. Gruppe des »Periodischen Systems«, vorzugsweise aus Molybdänsilicid ist somit, wie gefunden wurde, dann von besonderem Vorteil, wenn der Schenkelabstand der Heizelementenden, der zumindest kleiner als der Schenkelabstand im strahlenden Schleifenteil ist, nur einen Bruchteil der gesamten Längenausdehnung des Elementes beträgt. Es wurde gefunden, daß derartige Formen aus den spröden Hartstoffen hergestellt werden können, wenn man die Elemente aus mit Bindemittel angeteigten Pulvern, in plastischem Zustand in dieser Form ausbildet und anschließend sintert.

Bei größeren Ausführungsformen der Heizelemente hat es sich bewährt, hochfeuerfeste Stützen aus nichtleitendem Material anzubringen. Als Materialien für die erfindungsgemäßen Heizelemente kommen z. B. SiC, TiSi<sub>2</sub>, MoSi<sub>2</sub>, WSi<sub>2</sub> und andere als höchsttemperaturbeständig und elektrisch leitend bekannte Materialien eventuell mit Zusätzen von hochschmelzenden Oxyden, Karbiden, Boriden und/oder Nitriden in Frage.

Als Beispiele der Grundformen der Heizleiter sind in Fig. 1 eine Q-Form, in Fig. 2 eine M-(Mäander-) Form und in Fig. 3 eine Birnenform dargestellt. Sämtliche Formen können mit runden, quadratischen oder ähnlichen Querschnitten ausgeführt werden. Eine Profilierung der Oberfläche erleichtert in an sich bekannter Weise die Abstrahlung. Auch wirkt eine profilierte Oberfläche versteifend und somit Festigkeitserhöhend im Hochtemperaturheizteil. In der Zeichnung sind die Glüh-Schleife mit 1, die Anschlußenden mit 2 und das die Anschlußenden 2 mechanisch verbindende Isolierstück mit 3 bezeichnet.

Bei der Verwendung von molybdänhaltigen Hartstoffen hat sich die in Fig. 4 dargestellte Form der Anschlußenden bewährt. Es ist bekannt, daß molybdänhaltige Hartstoffe in dem Temperaturbereich von 300 bis 700° C einem sehr raschen oxydativen Zerfall unterliegen. Dieser Zerfallserscheinung wird nun durch die Ausgestaltung der Stromanschlüssen entgegengewirkt. Durch Verdickung der Anschlußenden

wird die Bildung der Stromwärme in diesem Teil wesentlich herabgesetzt. Da die Anschlußenden durch Luft oder zusätzliche Mittel gekühlt werden, findet an der Übergangsstelle zwischen Glühteil und Anschlußende ein starker Temperaturabfall statt. Durch entsprechende Dimensionierung und Kühlung der Anschlußenden kann der Temperaturverlauf zwischen Glühteil und Anschlußende so beeinflußt werden, daß die kritische Temperaturzone von 300 bis 700° C in den Verdickungsteil fällt, wie dies in Fig. 4 angedeutet ist. Außerdem wird der oxydative Zerfall des molybdänhaltigen Heizleiterwerkstoffes weitgehend gehemmt, wenn die kritische Temperaturzone des Heizleiterelementes gegenüber dem Zutritt von Luft abgeschlossen ist oder zumindest eine Luftströmung in diesen Teil verhindert ist. Durch das auf die Anschlußenden geschobene Isolierstück 2 wird eine Luftströmung an den gefährdeten Teilen des Anschlußendes vermieden.

Die Herstellung des Heizelementes erfolgt nach einem weiteren Merkmal der Erfindung dadurch, daß die gepulverten Hartstoffe, die aus Verbindungen des Siliciums mit Elementen der IV. bis VI. Gruppe des Periodischen Systems bestehen, mit einem siliciumhaltigen hydrolysierenden Bindemittel angeteigt und ausgeformt werden. Der so erhaltene Formling wird dann in bekannter Weise einer Sinterung unterzogen und nach seiner Fertigstellung in das Isolierstück 3 mit seinen Anschlußenden 2 eingesetzt.

#### PATENTANSPRÜCHE:

1. Heizelement für elektrische Widerstandsöfen mit einer in den zu beheizenden Ofen ragen-

den Glüh schleife, deren Innendurchmesser um ein Vielfaches größer ist als der Abstand zwischen ihren durch ein Isolierstück mechanisch verbundenen verdickten Anschlußenden, dadurch gekennzeichnet, daß die Glüh schleife (1) aus Verbindungen des Siliciums mit Elementen der IV. bis VI. Gruppe des Periodischen Systems der Elemente, vorzugsweise aus  $\text{MoSi}_2$ , besteht, die als Pulver mit einem Bindemittel angeteigt, ausgeformt und gesintert sind.

2. Heizelement nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche im Heizteil profiliert ausgebildet ist.

3. Heizelement, das Molybdän als Legierungsmetall enthält, nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperaturzone von 700 bis 300° C durch Vergrößerung des Querschnittes in den Anschlußenden liegt und eine Luftströmung durch das Isolierstück (2) in diesem Teil verhindert ist.

4. Heizelement nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß bei der Herstellung des Heizelementes als Bindemittel für das Anteigen des Pulvers ein hydrolysierendes Bindemittel, wie z. B. ein siliciumhaltiges, hydrolysierendes Bindemittel, verwendet wird.

In Betracht gezogene Druckschriften:

Deutsche Patentschrift Nr. 498 827;

österreichische Patentschrift Nr. 87 132.

In Betracht gezogene ältere Patente:

Deutsches Patent Nr. 1 010 668.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

Fig. 1

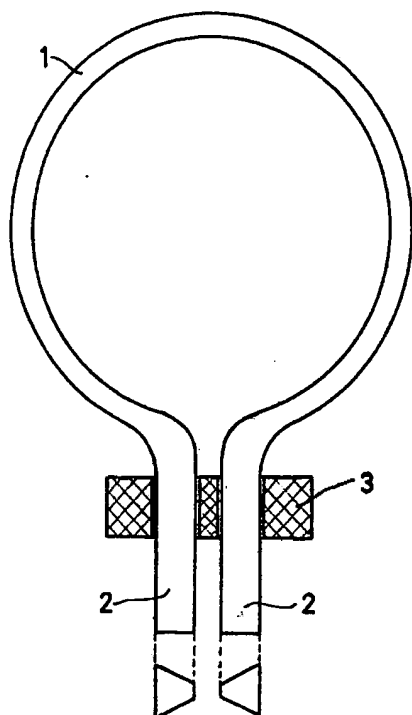


Fig. 2

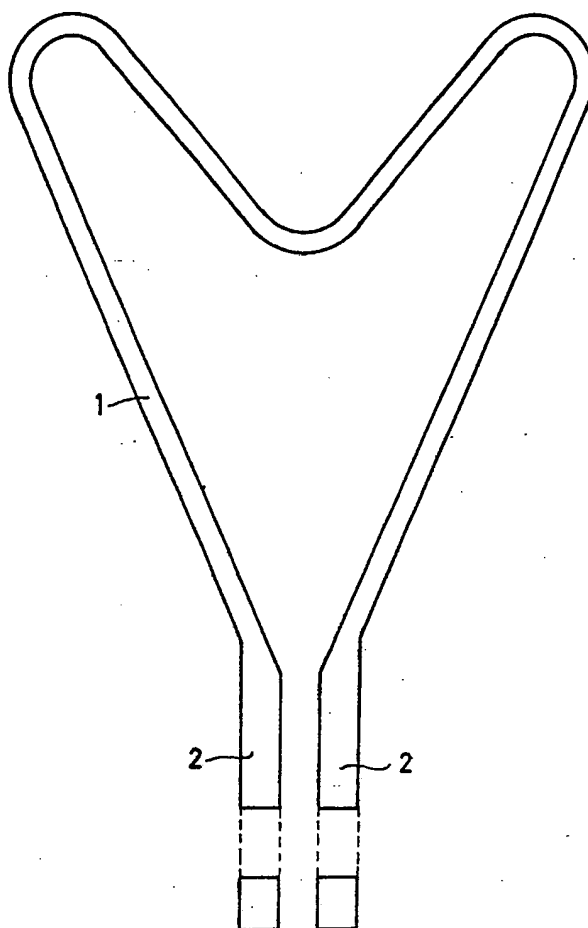


Fig. 3

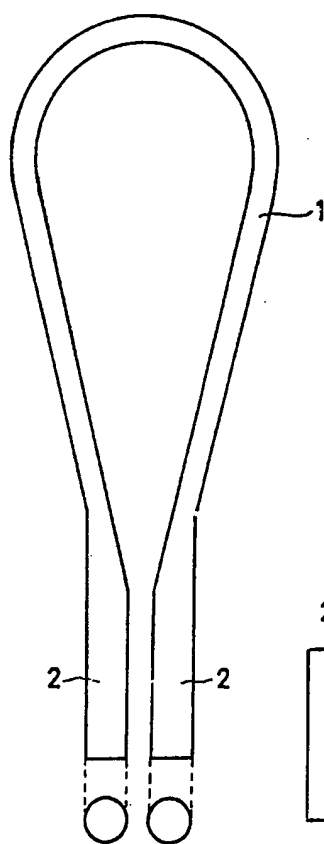


Fig. 4

